

PACS: 75.50.Bb, 65.40.De, 81.40.Vw, 81.40.Ef

В.М. Надутов<sup>1</sup>, Д.Л. Ващук<sup>1</sup>, П.Ю. Волосевич<sup>1</sup>, В.А. Белошенко<sup>2</sup>,  
В.З. Спусканюк<sup>2</sup>, А.А. Давиденко<sup>2</sup>

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ИНВАРНОГО ГЦК-СПЛАВА Fe–35% Ni ПОСЛЕ КОМБИНИРОВАННОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ГИДРОЭКСТРУЗИЕЙ И ВОЛОЧЕНИЕМ

<sup>1</sup>Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины  
б. Акад. Вернадского, 36, г. Киев, 03680, Украина

<sup>2</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 28 апреля 2012 года

*С использованием просвечивающей электронной микроскопии, рентгеновского, дилато- и дюрOMETрического анализов исследовано влияние комбинированной пластической деформации инварного сплава Fe–35% Ni методами гидроэкструзии (ГЭ) до  $\varepsilon = 3.47$  и последующего волочения до  $\varepsilon = 4.69$  на его структуру, инварные и механические свойства. Показано, что в случае комбинированной пластической деформации происходит более высокая степень организации границ субструктурных элементов с размерами до 1 мкм как в поперечном, так и продольном к направлению обжатия сечении при наличии внутри них более дисперсных (до 100 нм) формирований сотообразного вида с незначительной (менее 1°) разориентировкой между соседями. Это в комплексе, очевидно, обеспечивает более высокий уровень микронапряжений относительно образцов после ГЭ. Установлено, что комбинированная пластическая деформация по сравнению с состоянием сплава после ГЭ ведет к снижению его термического коэффициента линейного расширения (ТКЛР) в интервале 225–325 К вплоть до отрицательных значений ( $\alpha_{\min} = -0.66 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  при 273 К) в продольном к деформации направлении при одновременном его упрочнении на 20–30%.*

**Ключевые слова:** инвар, гидроэкструзия, волочение, структура, термическое расширение, микронапряжения, твердость

### Введение

Упрочнение железоникелевых сплавов без потерь их инварных свойств является важной и актуальной задачей физиков и материаловедов, поскольку применение этих сплавов в современных конструкциях, работающих в условиях растущих статических или динамических нагрузок, требует постоянного повышения механических свойств. Решение данной задачи позволит

расширить не только область применения инварных сплавов, но и углубить наши представления о природе самого эффекта.

В настоящее время особенности эволюции структуры во взаимосвязи с инварными свойствами сплава Fe–35% Ni изучались, как правило, при использовании разных, но одноименных схем интенсивной пластической деформации (в том числе прокатки, равноканального углового прессования и ГЭ) [1–9]. Вместе с тем вопрос о том, как будет влиять деформация на комплекс свойств инвара не только в условиях реализации одной силовой схемы обработки, но и при ее усложнении путем последовательной комбинации с другими схемами в литературе не рассматривался, хотя получение более прочных структурных состояний при таком подходе является перспективным. Сказанное послужило основанием для настоящей работы, в которой пластическая деформация представлена комбинацией ГЭ и волочения, тем более, что каждый из способов с успехом применяется на практике для изготовления упрочненных стержневых или проволочных металлических изделий.

### Материал и методика исследований

Исследование выполнено на промышленном инварном сплаве состава Fe–35% Ni (0.07% Cu, 0.03% Co, 0.49% Mn, 0.032% C). Для деформации ГЭ использовали исходные образцы цилиндрической формы с диаметром 21 mm при длине 100 mm, которые перед обработкой подвергали закалке от 1100°C (выдержка 0.5 h) в масле. Комбинированной пластической деформации достигали путем последовательного применения ГЭ и волочения. В качестве исходной после ГЭ была выбрана деформация со степенью  $\varepsilon = 3.47$ , которая достигалась в результате многократных проходов через экструдер. Ее величину определяли из выражения  $\varepsilon = 2 \ln \frac{d_0}{d}$ , где  $d_0$  и  $d$  – диаметры образца соответственно до и после экструзии. Ограничение по степени деформации при ГЭ значением  $\varepsilon = 3.47$  обусловлено тем обстоятельством, что процесс формирования субструктурных границ на фоне повышения механических свойств инвара при понижении ТКЛР практически завершается в интервале деформаций 2.2–3.47. Это было установлено при дилатометрических и электронно-микроскопических исследованиях на просвет тонких фольг [2].

Комбинированная деформация с суммарной степенью  $\varepsilon = 4.69$  реализована путем последующего волочения предварительно экструдированных образцов. Особенности формирования их микроструктур как до, так и после волочения изучали с помощью оптической и просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг, вырезанных в поперечном и продольном сечениях. Финишную полировку фольг для исследования ТЭМ проводили методом Болмана в электролите состава: 75 g хромового ангидрида, 130 ml ледяной уксусной кислоты и 20 ml воды при напряжении 90 V и силе тока 0.5–1.5 A. Кроме этого, в работе использовали методы рентгеноструктурного и дилатометрического анализов, а также измерения твердости и микро-

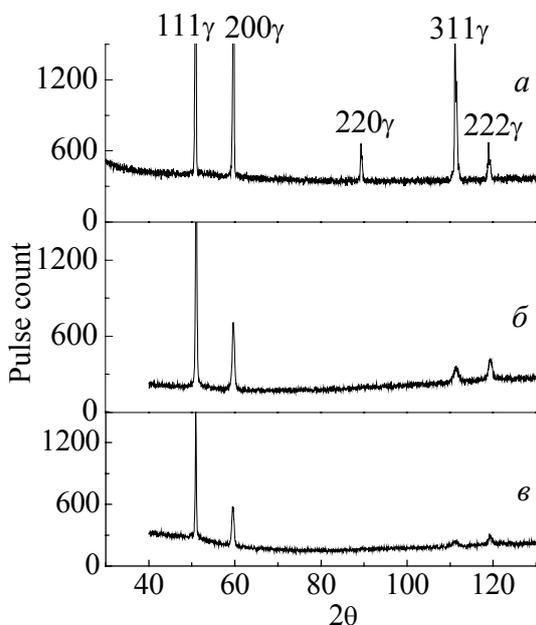
твердости, которые проводили в перпендикулярном и продольном сечениях относительно направления деформации.

Уровень упругих микронапряжений  $\eta$ , а также размеры областей когерентного рассеяния (ОКР)  $D$  рассчитывали на основании описания ширины дифракционных линий (111), (200), (311) и (222) с использованием выражения Вильямсона–Холла [10],  $\beta = \frac{k\lambda}{D \cos \theta} + \eta \operatorname{tg} \theta$  (где  $\beta$  – ширина рентгенов-

ской линии на половине ее высоты за вычетом инструментальной составляющей<sup>1</sup>;  $k = 0,94$ ;  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения,  $\lambda_{\text{Co}} = 1.79021 \text{ \AA}$ ;  $\theta$  – угол рассеяния). Все дифрактограммы были сняты при одинаковой экспозиции с шагом  $0.05^\circ/2\theta$ .

### Результаты и их обсуждение

Рентгеновским методом установлено, что сплав Fe–35% Ni после гомогенизации при 1373 К и закалки имел аустенитную структуру с ГЦК-



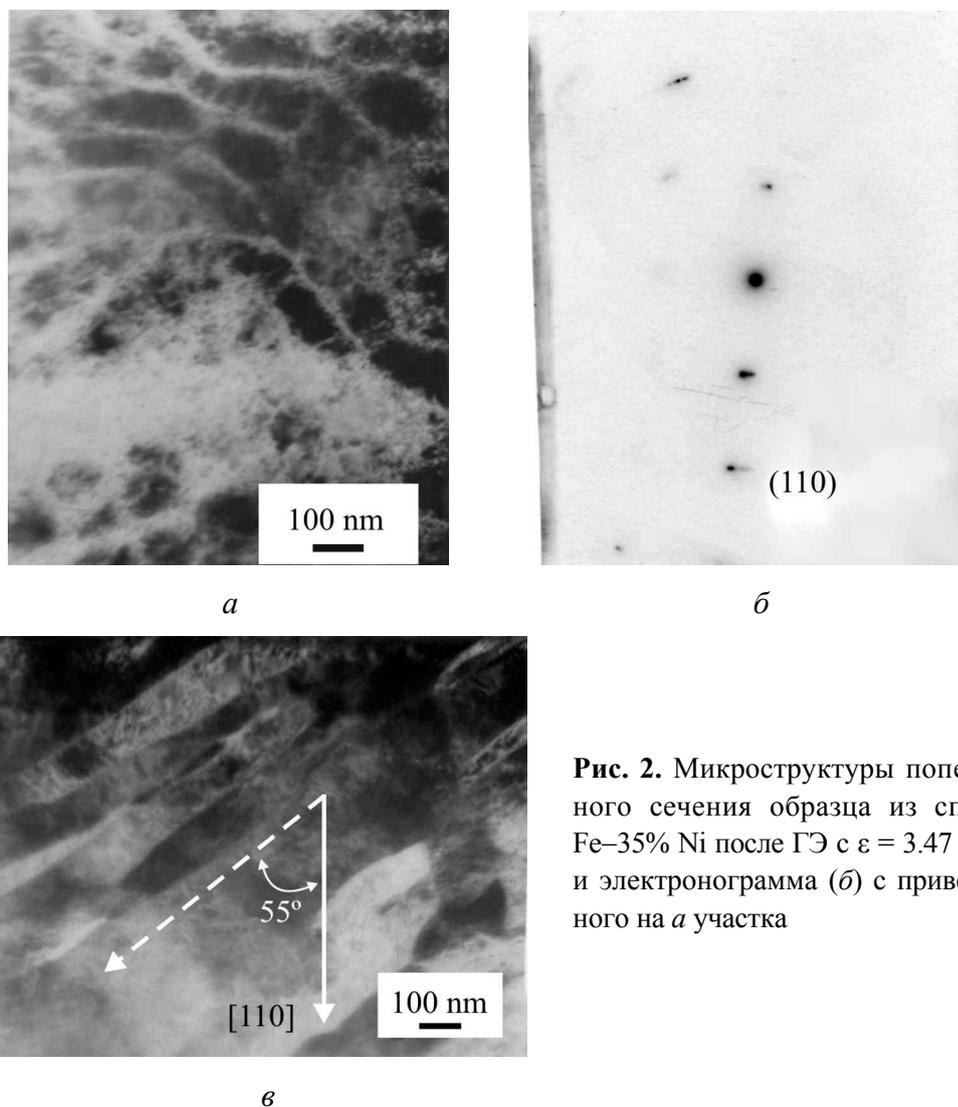
**Рис. 1.** Дифрактограммы сплава Fe–35% Ni в состоянии: *a* – исходном – после гомогенизационного отжига при 1100°C и последующей закалки; *б* – ГЭ с  $\epsilon = 3.47$ ; *в* – комбинированной деформации с суммарным обжатием  $\epsilon = 4.69$

решеткой, которая не менялась с деформацией (рис. 1). Анализ рентгенограмм инвара, снятых с поверхностей образцов, перпендикулярных направлению деформации, показал, что после ГЭ с  $\epsilon = 3.47$  и комбинированной обработки (ГЭ + волочение) с суммарной степенью деформации 4.69 фазовый состав сплава не изменяется (рис. 1, *б, в*), однако наблюдается существенное уширение и снижение интенсивности отдельных дифракционных пиков. Так, для линий 111 $\gamma$  и 200 $\gamma$  эффект подобного снижения существенно увеличивается. При этом пик 220 $\gamma$ , присутствующий в исходном состоянии, очень слабо выражен или отсутствует вообще как после ГЭ, так и после ее комбинации с волочением. Как правило, подобная особенность имеет место при наличии текстуры. Линии 311 $\gamma$

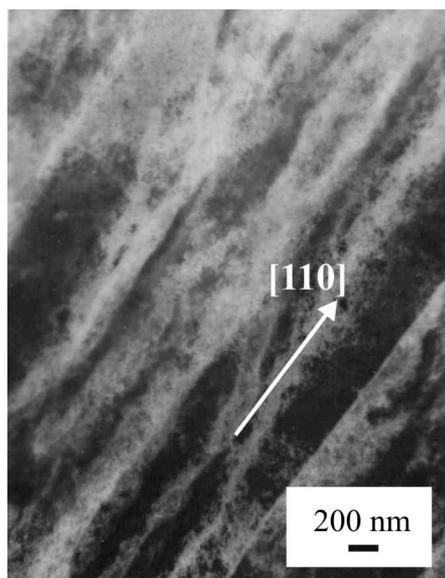
<sup>1</sup> Инструментальная составляющая найдена методом Ритвелда [11], для чего снимали дифрактограмму гексаборида лантана LaB<sub>6</sub> и находили угловую зависимость  $\beta(2\theta)$ , которую аппроксимировали функцией  $\beta(2\theta) = \sqrt{u \operatorname{tg}^2 \theta + v \operatorname{tg} \theta} + w$ , где  $u, v, w$  – параметры подгонки.

и  $222\gamma$  в состоянии после гидроэкструзии уменьшают свою интенсивность и увеличивают ширину при растущем уровне фона, особенно после комбинированной пластической деформации.

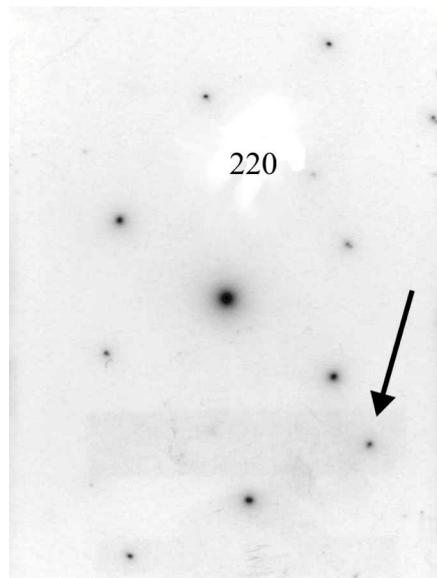
Результаты электронно-микроскопических исследований структуры образцов инвара после ГЭ с  $\varepsilon = 3.47$  в поперечном и продольном сечениях относительно направления деформации приведены на рис. 2, 3. Их анализ свидетельствует о том, что размерные параметры наименьших элементов субструктуры в поперечном сечении лежат в интервале 50–150 nm при азимутальных разориентировках между соседями менее одного градуса. Более крупные (1–3  $\mu\text{m}$ ) формирования объединяют группы мелких и имеют различные ориентировки. При этом наряду с ячейками, имеющими слегка вытянутую форму с дислокационным характером границ (рис. 2,*а*), наблюдаются и менее равноосные структурные формирования с более четкими границами, как правило, удлиненные в одном из направлений, лежащем под углом  $55^\circ$  к направлению типа  $[110]$  (рис. 2,*в*).



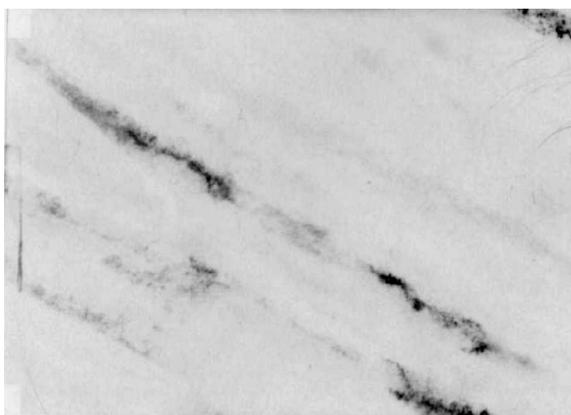
**Рис. 2.** Микроструктуры поперечного сечения образца из сплава Fe–35% Ni после ГЭ с  $\varepsilon = 3.47$  (*а, в*) и электронограмма (*б*) с приведенного на *а* участка



*a*



*б*



*в*

**Рис. 3.** Микроструктура сплава Fe–35% Ni в плоскости образца, коллинеарной направлению пластической деформации до  $\varepsilon = 3.47$  методом ГЭ (*a*), электронограмма (*б*) и темнопольное изображение (*в*), полученное в рефлексе, обозначенном на электронограмме стрелкой

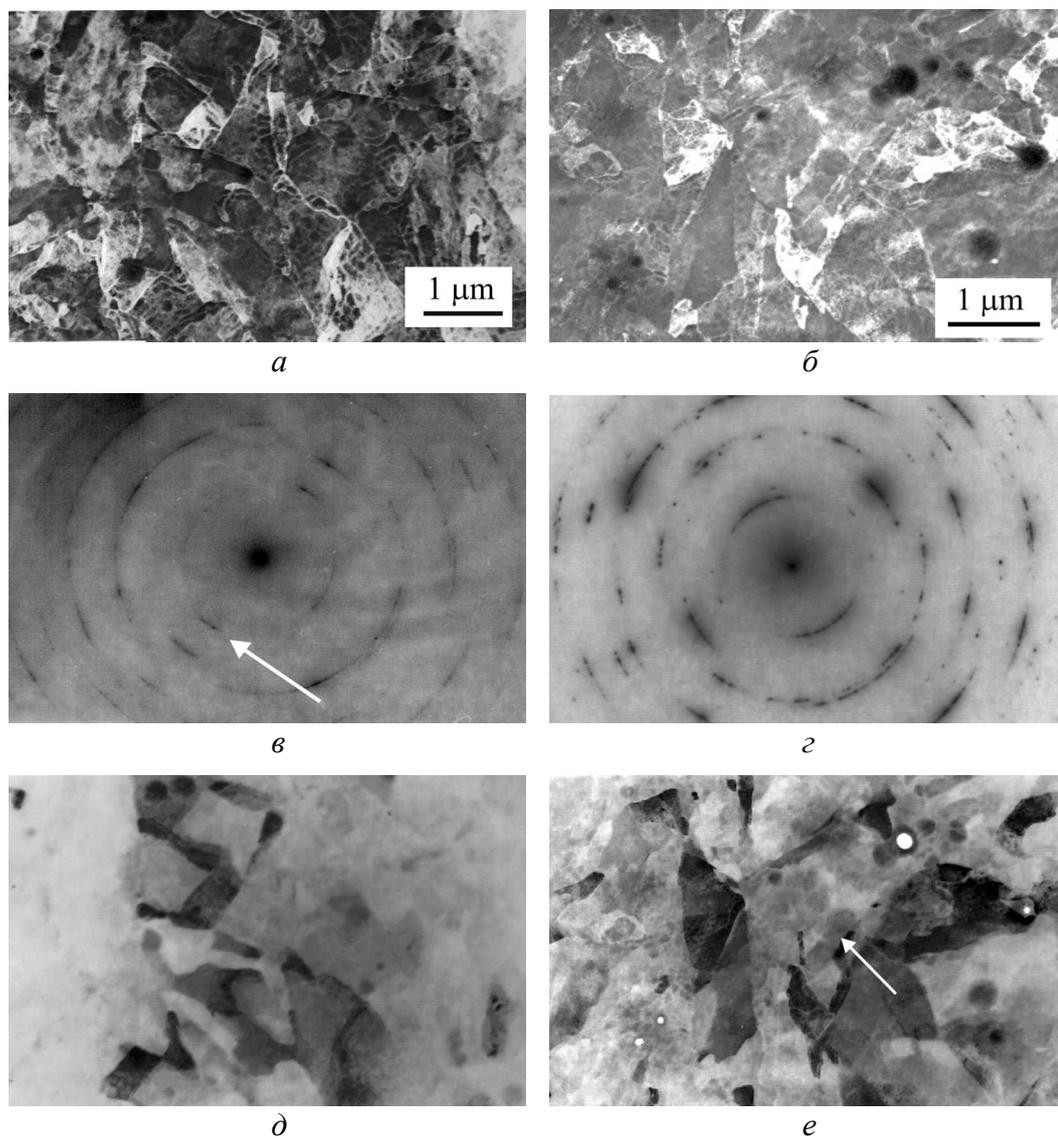
В подобной ситуации можно предположить две возможности возникновения таких границ в результате процесса двойникования, предполагающего их образование параллельно направлению [110] или под углом  $55^\circ$  к нему. В нашем случае реализуются, очевидно, оба варианта. На наличие сдвойникованных структурных образований при исследовании на просвет тонких фольг поперечных сечений образцов указывает и анализ электронограмм, полученных с площади не менее  $16 \mu\text{m}^2$ . Он свидетельствует о размножении ориентировок, формирующих в результате релаксационных явлений кольцо отражений 220 (рис. 2, *б, д*) от нескольких ориентировок типа (111), развернутых вокруг оси с направлением типа [111] на углы от  $8$  до  $25^\circ$ . Подобное возможно при условии, что пластическая деформация при ГЭ реализуется двойникованием в плоскостях типа (111) с осью зоны указанного направления.

Изучение особенностей формирования структуры в продольном сечении (рис. 3) свидетельствует о том, что она практически по всему сечению образца представлена вытянутыми в направлении экструдирования элементами. Их попереч-

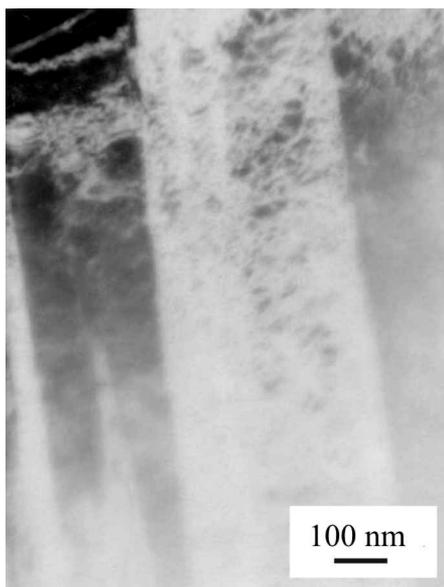
ные размеры лежат в интервале 250–600 nm при достаточно высокой плотности дислокаций, фрагментирующей внутренние объемы на слабоориентированные элементы субструктуры с диаметрами 45–120 nm. Анализ электронограмм от приведенных участков указывает на то, что направление их вытянутости соответствует направлению типа [110], свидетельствуя о формировании текстуры.

Таким образом, полученные результаты, в отличие от имеющихся литературных данных [5], указывают на то, что двойникование в инварах на Fe–Ni-основе происходит не только при низкотемпературной прокатке, но и в результате ГЭ.

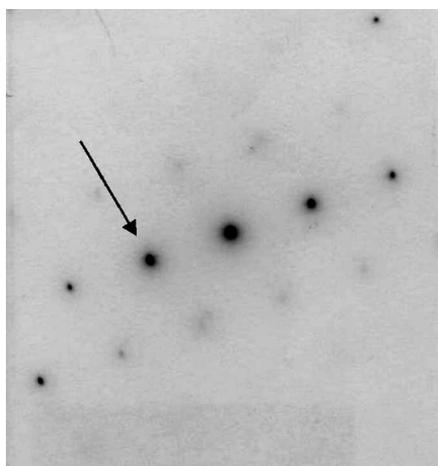
Результаты исследований влияния комбинированной пластической деформации на особенности формирования структуры в перпендикулярном и продольном сечениях образцов приведены на рис. 4 и 5. При этом установлено,



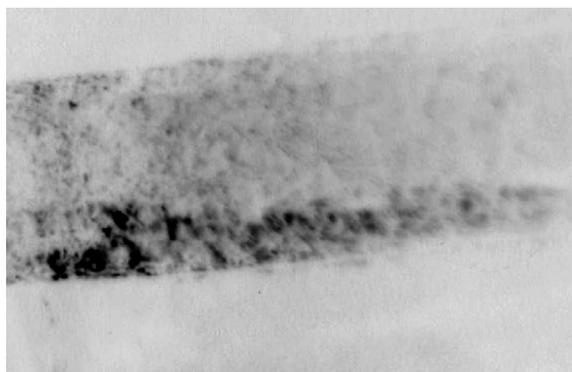
**Рис. 4.** Микроструктуры поперечного сечения проволоки из сплава Fe–35% Ni после комбинированной пластической деформации (*a*, *б*), электронограммы (*в*, *г*) и темнопольные изображения (*д*, *е*), полученные в рефлексах, обозначенных на электронограммах стрелками



*a*



*б*



*в*

**Рис. 5.** Микроструктура сплава Fe–35% Ni в плоскости образца, коллинеарного направлению комбинированной пластической деформации ГЭ и волочением с суммарной степенью деформации  $\varepsilon = 4.69$  (*a*), электронограмма (*б*) и темнопольное изображение (*в*), полученное в рефлексе, обозначенном на электронограмме стрелкой

что структура инварного сплава в поперечном сечении сформирована ячейками разной дисперсности. Например, области с максимальными (1–3  $\mu\text{m}$ ) размерами фрагментированы на более мелкие (300 nm), которые, в свою очередь, имеют сетку еще более мелких фрагментов с четкими дислокационными границами и размерами в интервале 25–100 nm, напоминая сотовую структуру. Такая иерархия строения субструктурных элементов (рис. 4,*a,d*) в данном случае является приоритетной и сопровождается значительным повышением общего диффузного фона электронограмм (рис. 4,*в*) при формировании почти кольцевых группировок рефлексов, азимутальное размытие которых лежит в пределах  $\pm 17^\circ$  от направления на середину дуги размытия соответствующей группировки. Высокоугловые границы зерен, как и в предыдущих случаях после ГЭ, практически не наблюдаются, хотя разориентация между наиболее крупными элементами структуры обычно представлена различными плоскостями отражения. В то же время азимутальная разориентировка между соседними наиболее дисперсными фрагментами не превышает одного градуса. Отмеченное свидетельствует не только о более четко выраженном

многоступенчатом уровне фрагментации структур по размерам и разориентировкам вследствие комбинированной деформации, но и о более высоком уровне упругих микронапряжений. Наряду с отмеченным, в отдельных участках, занимающих до 20% исследованной площади (рис. 4,б), структура представлена хотя и дисперсными элементами, но, очевидно, с более высокой степенью организации границ. Об этом свидетельствует присутствие на электроннограммах (рис. 4,з) систем точечных, хорошо сформированных (без размытия) отражений типа 311, в то время как в областях сосредоточения отражений типа 111 и 220 подобный эффект не обнаруживается. При этом уменьшается интенсивность равномерного диффузного фона электроннограмм наряду с сохранением повышенной фоновой интенсивности в областях расположения группировок отражений типа 111, 220, 420 (рис. 4,з).

На рис. 5 приведены результаты электронно-микроскопических исследований структуры образцов после комбинированной пластической деформации в продольной к направлению обжатия плоскости. Анализ полученных результатов свидетельствует о полосчатом характере структуры. Абсолютное большинство полос, как и в предыдущем случае после деформации ГЭ (см. рис. 3), ориентировано вдоль направления деформации. По результатам анализа электронограмм это направление близко к направлению типа 111. Ширина удлиненных элементов лежит в пределах 100–600 nm, что подтверждается результатами анализа темнопольных изображений (рис. 5,в).

Внутренняя структура таких элементов имеет дислокационную природу при размерах субструктурных элементов в интервале значений 30–50 nm. Анализ электронограмм показал, что рефлексам типа 111 свойственны тяжи, ориентированные в двух нормальных направлениях. Один из них размещен нормально относительно направления удлинения элементов структуры (рис. 5,а), что свидетельствует о существовании плоских ее особенностей, удлиненных в нормальном относительно тяжа направлении. В данном случае такими дефектами могут быть границы удлиненных элементов структуры, количество которых достаточно велико, а природа возникновения связана, очевидно, с двойникованием.

Анализ результатов рентгеноструктурных исследований показал, что волочение после ГЭ вызывает значительное возрастание уровня микронапряжений  $\eta$  от 0.09 до 0.24, что согласуется с наличием повышенного фона диффузного рассеяния на электронограммах (см. рис. 4,в,з). При этом, если после ГЭ с  $\varepsilon = 3.47$  размер ОКР достиг значений 60 nm, последующее волочение до  $\varepsilon = 4.69$  снижает его до 40 nm. Это также свидетельствует о диспергировании структурных элементов сплава, что согласуется с электронно-микроскопическими данными (рис. 4). Обнаруженное незначительное изменение параметра кристаллической решетки  $a$  от 0.3592 до 0.3595 nm находится в пределах ошибки.

Проведенные исследования свидетельствуют о том, что повышение степени пластической деформации сплава Fe–35% Ni за счет волочения при комбинированном методе в сравнении с обработкой только методом ГЭ ведет к дополнительной диспергизации при значительно большей завершенности

процесса формирования границ всех без исключения элементов субструктуры на фоне еще более высокого уровня упругих микронапряжений.

Влияние структурных изменений после комбинированной обработки сплава на прочностные свойства оценивали по результатам измерения твердости HV и микротвердости  $H_\mu$  (рис. 6). Так, уровень их значений после ГЭ вырос относительно закаленного сплава от 160 до 229 HV и от 1.499 до 2.134 GPa соответственно, а после комбинированной деформации до  $\varepsilon = 4.69$  эти свойства возросли до 236 HV при микротвердости  $H_\mu = 3.020$  GPa. При этом после комбинированной пластической деформации значения микротвердости в поперечном сечении образцов более чем на 10% выше  $H_\mu$  в продольной плоскости (рис. 6,б), хотя после чистой ГЭ с  $\varepsilon = 3.47$  величины микротвердости в указанных двух направлениях совпадают. Наблюдаемое упрочнение образца после комбинированной деформации при максимальных значениях в поперечном сечении, очевидно, обусловлено измельчением структуры сплава и ростом упругих микронапряжений.

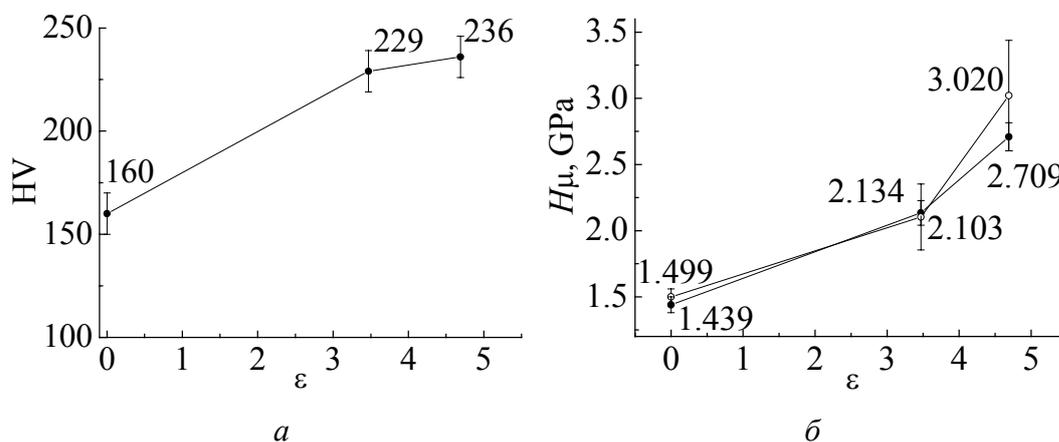
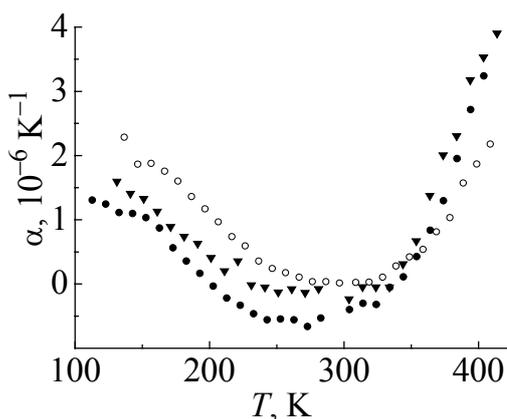


Рис. 6. Зависимости твердости HV по Виккерсу (а) и микротвердости  $H_\mu$  (б) сплава Fe–35% Ni от степени деформации  $\varepsilon$ . Микротвердость измерена в сечении образца, перпендикулярном (○) и продольном (●) к направлению деформации

Для проверки влияния обнаруженных изменений структуры сплава Fe–35% Ni в результате ГЭ и волочения на инварный эффект проведены дилатометрические измерения вдоль направления деформации в диапазоне температур 140–410 К. Их результаты представлены на рис. 7 и свидетельствуют о том, что если после ГЭ сплава величина ТКЛР  $\alpha$  снижается и достигает в интервале температур 140–370 К отрицательных значений, а выше 370 К наблюдаются ее рост и смещение кривой  $\alpha(T)$  влево по шкале температур, то комбинированная деформация до  $\varepsilon = 4.69$  приводит к еще большему снижению  $\alpha$ , который в интервале 225–325 К имеет отрицательное значение с минимумом  $\alpha = -0.66 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  при температуре 273 К.

Снижение ТКЛР сплава Fe–35% Ni после комбинированной обработки (рис. 7) качественно согласуется с результатами работ [4–6] по дилатомет-



**Рис. 7.** Температурные зависимости термического коэффициента расширения  $\alpha$  сплава Fe–35% Ni в исходном состоянии ( $\circ$ ), после ГЭ с  $\varepsilon = 3.47$  ( $\blacktriangledown$ ) и комбинированной деформации ГЭ с  $\varepsilon = 4.69$  и волочения ( $\bullet$ )

рическим исследованиям инварных сплавов после пластической деформации разными методами, в которых наблюдаемые изменения термического расширения инвара в большинстве случаев объяснялись разрушением под действием деформации ближнего атомного порядка. В то же время его немонотонное поведение для инвара Fe–36.1% Ni–0.02% C после равноканального углового прессования (сначала снижение от  $0.4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  до  $-0.4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  после первого прохода через матрицу и рост  $\alpha$  до  $0.8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  после второго и последующих проходов) обосновано в [1] разрушением ближнего атомного порядка движущимися дислокациями, а затем при последующем измельчении структуры – образованием бездислокационных фрагментов при восстановлении упорядоченного состояния.

Однако по результатам анализа электронограмм (см. рис. 2,б; 3,б; 4,в,г; 5,б) и рентгеновской дифракции (см. рис. 1) не обнаружены сверхструктурные рефлексы, которые указывали бы на существование атомного порядка типа FeNi<sub>3</sub> или Ni–Fe [3–6]. Скорее, в результате возникшего после ГЭ и последующего волочения высокого уровня микронапряжений и за счет сильной магнитоупругой связи происходит модулированное изменение межатомных расстояний, в том числе в парах Fe–Fe как наиболее нестабильных спиновых системах, обеспечивающих инварную аномалию [1].

### Выводы

1. Отличительными особенностями структурообразования в инварном сплаве Fe–35% Ni в случае комбинированной пластической деформации (методами ГЭ до  $\varepsilon = 3.47$  и последующего волочения до  $\varepsilon = 4.69$ ) являются более высокая степень организации границ структурных элементов с размерами 100–3000 nm в поперечном и продольном сечениях к направлению пластического течения при наличии внутри них высокой плотности распределения дефектов, формирующих в большинстве случаев сотообразные структуры диаметром менее 100 nm, с незначительной (менее 1°) азимутальной разориентировкой между соседями минимальных размеров, а также более высокий (в 3 раза) уровень микронапряжений ( $\eta = 0.24$ ) относительно образцов после ГЭ.

2. Комбинированная пластическая деформация инварного сплава Fe–35% Ni методами ГЭ и последующего волочения способствует снижению в интервале температур 225–325 K термического коэффициента расширения в

направленні, продольному відносно напрямку деформації до негативних значень з мінімумом  $\alpha = -0.66 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  при 273 К при одночасному його упрочненні (підвищенні на 20–30% твердості і мікротвердості відповідно) порівняно з станом сплаву після ГЭ.

Дослідження проведені в межах бюджетної теми ІМФ ім. Г.В. Курдюмова НАН України при частинній фінансовій підтримці конкурсного проекту 92/11-Н цільової комплексної програми фундаментальних досліджень НАН України «Фундаментальні проблеми наноструктурних систем, наноматеріалів, нанотехнологій».

Автори виражають подяку В.П. Залуцькому за рентгеновські вимірювання, Е.А. Свістуну – за проведення дилатометричних вимірювань.

1. В.І. Ізотов, В.В. Русаненко, В.І. Копылов, В.А. Поздняков, А.Ф. Еднерал, А.Г. Козлова, ФММ **82**, № 3, 123 (1996).
2. В.М. Надутів, Д.Л. Ващук, П.Ю. Волосевич, Е.А. Свістунів, В.А. Белошенко, В.З. Спусканюк, А.А. Давиденко, Металлофіз. новітні технології. **34**, 395 (2012).
3. R.R. Mulyukov, V.A. Kazantsev, Kh.Ya. Mulyukov, A.M. Burkhanov, I.M. Safarov, I.K. Bitkulov, Rev. Adv. Mater Sci. **11**, 116 (2006).
4. И.Х. Биткулов, А.М. Бурханов, В.А. Казанцев, Р.Р. Мулюков, Х.Я. Мулюков, И.М. Сафаров, ФММ **102**, 99 (2006).
5. В.В. Сагарадзе, А.И. Уваров, Е.И. Ануфриев, ФММ **77**, № 6, 156 (1994).
6. В.П. Ворошилов, А.И. Захаров, В.М. Калинин, А.С. Уралов, ФММ **35**, 953 (1973).
7. H. Saito, S. Chikazumi, Physics and Applications of Invar Alloys (Honda Memorial Series on Materials Science) No. 3, 474 (1978).
8. В.А. Шабашов, А.В. Литвинов, Н.В. Катаева, К.А. Ляшков, С.И. Новиков, С.Г. Тутова, ФММ **112**, 262 (2011).
9. А.И. Уваров, В.В. Сагарадзе, В.А. Казанцев, Н.Ф. Вальданова, В.М. Сомова, Е.И. Ануфриева, Ю.И. Филиппов, ФММ **112**, 429 (2011).
10. G.K. Williamson, W.H. Hall, Acta Met. **1**, 22 (1953).
11. H.M. Rietveld, J. Appl. Cryst. **2**, 65 (1969).

В.М. Надутів, Д.Л. Ващук, П.Ю. Волосевич, В.О. Белошенко, В.З. Спусканюк, О.А. Давиденко

## СТРУКТУРА І ВЛАСТИВОСТІ ІНВАРНІЙ ГЦК-СПЛАВУ Fe–35% Ni ПІСЛЯ КОМБІНОВАНОЇ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ ГІДРОЕКСТРУЗІЄЮ ТА ВОЛОЧІННЯМ

З використанням просвічуючої електронної мікроскопії, рентгенівського, дилатометричного аналізу досліджено вплив комбінованої пластичної деформації інварного сплаву Fe–35% Ni методами гідроекструзії (ГЕ) до  $\varepsilon = 3.47$  і наступного волочіння до  $\varepsilon = 4.69$  на його структуру, інварні та механічні властивості. Показано, що у випадку комбінованої пластичної деформації відбувається більш високий

ступінь організації границь субструктурних елементів з розмірами до 1  $\mu\text{m}$  як в поперечному, так і подовжньому до напрямку обтиснення перерізах при наявності всередині них більш дисперсних (до 100 nm) формувань сотоподібного типу з незначним (менше  $1^\circ$ ) розорієнтуванням між сусідніми елементами. Це в комплексі, очевидно, забезпечує більш високий рівень мікронапружень для зразків після ГЕ. Встановлено, що комбінована пластична деформація порівняно зі станом сплаву після ГЕ веде до зниження його термічного коефіцієнта лінійного розширення (ТКЛР) в інтервалі 225–325 К аж до негативних значень ( $\alpha_{\text{min}} = -0.66 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  при 273 К) у подовжньому до деформації напрямку при одночасному його зміцненні на 20–30%.

**Ключові слова:** інвар, гідроекструзія, волочіння, структура, термічне розширення, мікронапруження, твердість

*V.M. Nadutov, D.L. Vaschuk, P.Yu. Volosevich, V.A. Beloshenko, V.Z. Spuskanyuk, A.A. Davidenko*

## STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE INVAR FCC ALLOY OF Fe–35% Ni AFTER COMBINED PLASTIC DEFORMATION BY HYDROEXTRUSION AND DRAWING

The influence of combined plastic deformation of the invar Fe–35% Ni alloy by means of hydroextrusion (HE) ( $\varepsilon = 3.47$ ) and succeeding drawing ( $\varepsilon = 4.69$ ) upon structure, invar and mechanical properties was studied with using TEM, X-ray and dilatometric analysis and durometry. It was shown that combined plastic deformation results in higher degree of arrangement of boundaries of substructural elements with dimensions up to 1  $\mu\text{m}$  both in transversal and in longitudinal direction to deformation. More dispersed (up to 100 nm in size) honeycomb formations are present within the substructure elements that have also insignificant (less than  $1^\circ$ ) disorientation. These facts provide higher level of microstresses compared with the samples after HE. It was established that the combined plastic deformation reduces TEC of the alloy within the range of 225–325 K down to negative values ( $\alpha_{\text{min}} = -0.66 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  at 273 K) in longitudinal direction to deformation at simultaneous strengthening by 20–30% as compared to the state of the alloy after HE.

**Keywords:** invar, hydroextrusion, drawing, structure, thermal dilatation, microstresses, hardness

**Fig. 1.** Diffraction pattern of the Fe–35% Ni alloy: *a* – the initial state – after homogenization at 1100°C and subsequent quenching; *b* – HE with  $\varepsilon = 3.47$ ; *c* – combined deformation with the total reduction of  $\varepsilon = 4.69$

**Fig. 2.** Microstructures of the sample cross-section of the Fe–35% Ni alloy after HE with  $\varepsilon = 3.47$  (*a*, *c*) and electron diffraction (*b*) from the site marked on (*a*)

**Fig. 3.** Microstructure of the Fe–35% Ni alloy in the sample plane collinear to the direction of plastic deformation by HE to  $\varepsilon = 3.47$  (*a*), electron diffraction image (*b*) and dark field image (*c*), obtained in the reflex marked by the arrow on the electron diffraction image

**Fig. 4.** Microstructures of the cross-section of the wire of the Fe–35% Ni alloy after combined plastic deformation (*a*, *b*), the electron diffraction patterns (*c*, *d*) and dark field images (*e*, *f*) obtained in the reflexes marked by arrows on TEM image

**Fig. 5.** Microstructure of the Fe–35% Ni alloy in the sample plane collinear to the direction of the combined plastic deformation by HE and drawing with the total strain degree  $\varepsilon = 4.69$  (*a*), the TEM image (*b*) and dark field image (*c*), resulting in a reflex marked by the arrow on the TEM image

**Fig. 6.** Hardness (by Vickers) (*a*) and microhardness  $H_{\mu}$  (*b*) of the Fe–35% Ni alloy vs. degree of deformation  $\varepsilon$ . Microhardness was measured in the cross section perpendicular ( $\circ$ ) and longitudinal ( $\bullet$ ) to the direction of deformation

**Fig. 7.** The temperature dependence of the thermal expansion coefficient of the Fe–35% Ni alloy in the initial state ( $\circ$ ), after HE with  $\varepsilon = 3.47$  ( $\blacktriangledown$ ) and the combined HE with  $\varepsilon = 4.69$  and drawing ( $\bullet$ )